

L1 ANSWER 1 OF 1 WPIDS COPYRIGHT 1998 DERWENT INFORMATION LTD  
 AN 97-280655 [25] WPIDS  
 DNC C97-090126  
 TI Production of spherical aroma granulates in free flowing form -  
 comprises submerged spraying of emulsion of aroma substance into  
 fluidised bed of core material in rotary granulator.  
 DC A32 B07 D14 D21  
 IN MENZI, H; PERREN, M; RINGGENBERG, R  
 PA (GIVA) GIVAUDAN-ROURE INT SA  
 CYC 19  
 PI WO 9716078 A1 970509 (9725)\* DE 20 pp <--  
 RW: AT BE CH DE DK ES FI FR GB GR IE IT LU MC NL PT SE  
 W: JP US  
 ADT WO 9716078 A1 WO 96-CH373 961023  
 PRAI CH 96-2518 961015; CH 95-3037 951027  
 AN 97-280655 [25] WPIDS  
 AB WO 9716078 A UPAB: 970619  
 Production of a spherical granulate comprises submerged spraying of  
 an emulsion of an aroma- or fragrance substance into a fluidised  
 core material in a flowing bed rotary granulator to cause  
 granulation of the material.  
 USE - The granulated aroma substances are useful in e.g. foods  
 such as soups and sauces in bags, frozen ready-made food products,  
 confectionary products such as chewing gum, chocolate, ice-cream,  
 ice-cream coating, biscuits or hard and soft sweets, drinks,  
 cosmetics, herbal mixtures, pharmaceuticals, hygiene articles (e.g.  
 mouth hygiene articles such as tooth pastes or cleaning agents for  
 dentures), nappies, soaps, detergents and household products. The  
 aroma granules are also useful in consumer goods industries as  
 granulated fruit- and spice aromas, perfumes or flavourings, for  
 incorporation into tea bags and instant beverage powders. The aroma  
 may also be e.g. that of meat, cheese, tobacco, flowers or wood or  
 of single components such as menthol, vanilla or of etheric  
 fractions.  
 ADVANTAGE - The granulated materials are spherical or  
 essentially spherical, free flowing, practically dust-free,  
 mechanically stable and have a low granular size distribution. The  
 granulation process minimises aroma loss. The granulated aroma  
 remains in e.g. tea bags due to their particle size (cf. powdered  
 aroma which easily comes out of tea bag pores during transport or  
 storage). The granules dissolve quickly and completely in water and  
 the release of aroma is efficient. Generally, products of improved  
 aroma are obtained.  
 Dwg.0/1

THIS PAGE BLANK (USPTO)



**PCT**  
WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales Büro  
INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation <sup>6</sup> : <b>A23L 1/22, A23P 1/02, A61K 7/46</b>		<b>A1</b>	(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: <b>WO 97/16078</b>
			(43) Internationales Veröffentlichungsdatum: 9. Mai 1997 (09.05.97)
(21) Internationales Aktenzeichen: <b>PCT/CH96/00373</b>		(81) Bestimmungsstaaten: JP, US, europäisches Patent (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).	
(22) Internationales Anmeldedatum: 23. Oktober 1996 (23.10.96)			
(30) Prioritätsdaten: 3037/95 27. Oktober 1995 (27.10.95) CH 2518/96 15. Oktober 1996 (15.10.96) CH		Veröffentlicht <i>Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist. Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i>	
(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): GIVAUDAN-ROURE (INTERNATIONAL) S.A. [CH/CH]; Chemin de la Parfumerie 5, CH-1214 Vernier (CH).			
(72) Erfinder; und			
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): MENZI, Heini [CH/CH]; Grünenhofstrasse 6, CH-8625 Gossau (CH). PER- REN, Matthias [CH/CH]; Fröhlichstrasse 40, CH-5200 Brugg (CH). RINGGENBERG, Rudolf [CH/CH]; Rümelbachstrasse 17, CH-8153 Rümlang (CH).			
(74) Gemeinsamer Vertreter: GIVAUDAN-ROURE (INTERNA- TIONAL) S.A.; Patentdienst, Postfach 3255, CH-4002 Basel (CH).			
(54) Title: AROMATIC GRANULATED MATERIAL			
(54) Bezeichnung: AROMENGRANULAT			
(57) Abstract			
The present invention relates to a process for the preparation of spherical, or substantially spherical, practically dust-free aromatic and odoriferous granulated material which is free-flowing, mechanically stable and has a narrow grain-size distribution.			
(57) Zusammenfassung			
Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von sphärischen bzw. im wesentlichen sphärischen, praktisch staubfreien, freifliessenden, mechanisch stabilen Aromen- und Riechstoffgranulaten mit enger Korngrößenverteilung.			

### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AM	Armenien	GB	Vereinigtes Königreich	MX	Mexiko
AT	Österreich	GE	Georgien	NE	Niger
AU	Australien	GN	Guinea	NL	Niederlande
BB	Barbados	GR	Griechenland	NO	Norwegen
BE	Belgien	HU	Ungarn	NZ	Neuseeland
BF	Burkina Faso	IE	Irland	PL	Polen
BG	Bulgarien	IT	Italien	PT	Portugal
BJ	Benin	JP	Japan	RO	Rumänien
BR	Brasilien	KE	Kenya	RU	Russische Föderation
BY	Belarus	KG	Kirgisistan	SD	Sudan
CA	Kanada	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SE	Schweden
CF	Zentrale Afrikanische Republik	KR	Republik Korea	SG	Singapur
CG	Kongo	KZ	Kasachstan	SI	Slowenien
CH	Schweiz	LI	Liechtenstein	SK	Slowakei
CI	Côte d'Ivoire	LK	Sri Lanka	SN	Senegal
CM	Kamerun	LR	Liberia	SZ	Swasiland
CN	China	LK	Litauen	TD	Tschad
CS	Tschechoslowakei	LU	Luxemburg	TG	Togo
CZ	Tschechische Republik	LV	Lettland	TJ	Tadschikistan
DE	Deutschland	MC	Monaco	TT	Trinidad und Tobago
DK	Dänemark	MD	Republik Moldau	UA	Ukraine
EE	Estland	MG	Madagaskar	UG	Uganda
ES	Spanien	ML	Mali	US	Vereinigte Staaten von Amerika
FI	Finnland	MN	Mongolei	UZ	Usbekistan
FR	Frankreich	MR	Mauretanien	VN	Vietnam
GA	Gabon	MW	Malawi		

- 1 -

Aromengranulat

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von sphärischen bzw. im wesentlichen sphärischen, praktisch staubfreien, freifliessenden, mechanisch stabilen Aromen- und Riechstoffgranulaten  
5 mit enger Korngrössenverteilung.

Unter "sphärisch" wird im vorliegenden Fall ein bei visueller Betrachtung, mit unbewaffnetem Auge, kugelförmiges, bzw. ein im wesentlichen kugelförmiges Material verstanden.

Aromengranulate sind bekannt. EP 0070719 beschreibt die Herstellung  
10 von Aromengranulaten, die in einem konventionellen Fliessbett, gebildet durch reine Aufwirbelung von Luft, hergestellt werden. Diese Produkte weisen jedoch die Nachteile einer ungenügenden mechanischen Festigkeit, des relativ grossen Staubanteils und einer beschränkten Fließfähigkeit auf.

Ziel der vorliegenden Erfindung war ein Verfahren, das erlaubt,  
15 Produkte herzustellen, die die geschilderten Nachteile nicht mehr aufweisen, und dementsprechend bei ihrer Verwendung, also bei der Einarbeitung in das zu aromatisierende bzw. parfümierende Material, eindeutig bevorzugt werden. Im Vordergrund stehen Nahrungsmittel, Genussmittel und Getränke, Pharmazeutika, kosmetische Produkte,  
20 Hygieneprodukte, z.B. Mundhygieneprodukte, Windeln, Seifen, Detergenzien, Haushaltprodukte, etc.

Zusätzlich können die erfindungsgemäss erhältlichen Aromen- und Riechstoffgranulate in einem zweiten Schritt auf einfache Weise mit einer Umhüllung versehen werden, ohne dass der nun erfindungsgemäss verwendete Rotorgranulator ausgeschaltet oder umgerüstet, oder Produkt  
5 transferiert werden muss. Die Umhüllung bezweckt auch eine verbesserte Einkapselung der Wirkstoffe, eine Aenderung, d.h. Verbesserung des Löslichkeitsverhaltens oder eine gezielte Schutzwirkung zu erreichen.

Rotorgranulatoren wurden bis anhin in der Produktion von Waschmittelzusätzen, Düngemitteln und Pharmawirkstoffen eingesetzt (siehe z.B.  
10 den Firmenprospekt GRCG Typ 1-200 der Firma Glatt, Pratteln, Schweiz Juni 1992]).

Die Apparatur besteht im wesentlichen aus einer Fliessbetteinrichtung und der Zu- und Ablufteinheit. Zweckmässig ist z.B. ein zylindrischer Behälter mit vertikaler Drehachse, dessen Boden um die Zentralachse  
15 rotiert. Der Zylindermantel ist zweckmässigerweise feststehend. Die Drehzahl beträgt zweckmässigerweise ca. 50-500/min. Das im Prozess vorgelegte Kernmaterial wird mittels einer rotierenden Bodenplatte in Bewegung gesetzt. Durch den (peripheren) Ringspalt zwischen rotierender Bodenplatte und feststehender Behälterwand strömt eine relativ geringe  
20 Menge Luft, die zusammen mit der Rotationsbewegung der Bodenplatte das vorgelegte Gut in Bewegung versetzt, "fluidisiert". Im Vergleich zu früheren Technologien, die die nötige Bewegung des Gutes nur mit Hilfe der Luft erzeugten, wird nur ca. 1/5 - ca. 1/3 der Luft benötigt, um den vorgelegten Feststoff zu fluidisieren, zu bewegen.

25 Das neue Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, dass in ein in einem Fliessbett-Rotorgranulator fluidisierten Kernmaterial eine Aroma- oder Riechstoffemulsion submers - in das Fliessbett - eingesprüht und so granuliert wird. Das Verfahren beinhaltet also im wesentlichen die Verwendung eines Fliessbett-rotorgranulators bei der Herstellung von  
30 sphärischen Aromen- und Riechstoffgranulaten.

Gegen die Verwendung solcher Apparaturen für Aromen- bzw. Riechstoffkompositionen sprach der doch immer noch relativ hohe Luftdurchsatz und die doch relativ lange Reaktionszeit - dies im Hinblick auf zu befürchtende Verluste an - insbesondere - leicht flüchtigen  
35 Komponenten.

Das Kernmaterial ist ein für die Herstellung von Aromen- oder Riechstoffgranulat üblicherweise verwendeter, in der Industrie zugelassener oder pharmazeutisch anwendbarer Feststoff, zweckmässigerweise mit Korngrössen von ca. 0,02 bis ca. 3,0 mm, insbesondere von 0,2 bis ca. 1,5 mm Durchmesser. Es ist beispielsweise ein Kohlenhydrat, z.B. ein Zucker, wie Glucose, Lactose, Saccharose, oder auch ein Produkt komplexerer Zusammensetzung, wie Fruchtpulver, z.B. Orangensaftpulver, oder Gemüsepulver, z.B. Karottensaftpulver, oder ein Zuckeralkohol, wie Isomalt, oder Pectin, hydrolysiertes Pflanzenprotein (HVP), Nahrungsfasern, z.B. Trester, Weizenfasern, Cellulosefasern, etc., oder ein organisches oder anorganisches Salz, z.B. ein Citronensäuresalz oder Kochsalz, aber auch Kräuterpulver, Gewürzpulver, Teepulver kommen in Frage.

Das Trägermaterial für die eingesprühte Emulsion wird generell aus für diese Zwecke üblichen Materialien ausgewählt, es ist zweckmässigerweise ein Kohlenhydrat, z.B. chemisch modifizierte Stärke, abgebaute Stärke (Dextrin, Maltodextrin); natürliche Harze, Exudate, z.B. Gummi arabicum, Pflanzenextrakte, wie Carragenan, Alginate, etc. ein Protein, z.B. ein Milchprotein, oder Gelatine, etc. oder eine Kombination solcher Stoffe.

Als Lösungsmittel für die Emulsion können beispielsweise Wasser oder Wasser/Ethanolgemische dienen.

Bei der Granulierung können auch übliche Zusatzstoffe, wie künstliche Süsstoffe, Lebensmittelfarbstoffe, Vitamine, Antioxidantien, Antischaummittel, Kohlensäuregeneratoren wie Weinsäure, Genusssäuren wie Citronensäure, oder zusätzliche Geschmacksstoffe, etc. verwendet werden, die dem Kernmaterial oder der Sprühemulsion zugesetzt werden können.

Nach der Granulierung kann eine Umhüllung der Partikel erfolgen, z.B. durch Aufsprühen, z.B. einer Lösung, Emulsion oder Schmelze einer für diese Zwecke bekanntermassen geeigneten, eine Schutzhaut bzw. einen Film bildenden Substanz bzw. eines Substanzgemisches, wie z.B. Fett, oder modifizierte Cellulose, Gelatine, Pflanzen- oder Tierextrakte, Exudate, z.B. Gummi arabicum, abgebaute Stärke oder chemisch modifizierte Stärke, pharmazeutisch anwendbare Kunststoffe, z.B. Polyvinylpyrrolidon, Polyäthylenglykol, etc.

Die geeigneten Lufttemperaturen sind erhöhte Temperaturen, z.B. ca. 30°, bzw. 40° - ca. 80°C, bevorzugt ca. 40°, bzw. 50 - ca. 70°C.

Es kommen alle gängigen Aromen und Riechstoffe in Frage, also z.B. Richtung Fleisch, Käse, Frucht, z.B. Citrus, Beeren, Tabak, Blumen, Holz,  
5 Gewürz, Ambra, etc., die in der Industrie Verwendung finden können. Als Aromen- und Riechstoffkomponenten kommen alle die bisher für Aromen und Riechstoffe(granulate) üblicherweise verwendeten Komponenten in Frage, also einzelne solche Komponenten, z.B. Menthol oder Vanillin, etc. -  
10 oder aber ätherische Oele oder Fraktionen oder Gemische von Aroma- und Riechstoffkompositionen. Die einzelnen Komponenten können natürlichen (pflanzlichen oder tierischen) oder synthetischen Ursprungs sein.

Die enge Korngrössenverteilung wird im wesentlichen erzielt durch das Zusammenwirken der Parameter: Korngrösse des Trägermaterials, Zusammensetzung der Emulsion, Sprühdrate der Emulsion (ca. 30 - ca.  
15 80 g/min., [z.B. im Falle der Apparatur des Beispiels 1] bzw. 3-8 g/min\*kg (Gesamtansatz), Struktur der rotierenden Bodenplatte - z.B. glatt, genoppt oder geriffelt, Drehzahl der rotierenden Bodenplatte, Zuluftgeschwindigkeit, Lufttemperatur (ca. 20 - ca. 80°C). Diese Beeinflussung durch die Art und Weise der Granulierung ist dem Fachmann bekannt und die enge  
20 Verteilung kann durch Versuche ermittelt werden. Wie eingangs erwähnt, führt sie im Falle des vorliegenden Verfahrens zu besonders günstigen Werten.

Unter "einem im wesentlichen staubfreien Produkt" wird im vorliegenden Fall ein Granulat verstanden, das einen Feinanteil (im wesentlichen Kernmaterial und Trägermaterial) aufweist, der unter 5% liegt, dies  
25 bei Partikelgrössen von <0,1 mm.

Ein erfindungsgemäss erhältliches, im wesentlichen sphärisches Granulat ist in der Figur 1 abgebildet.

#### Beispiel 1: Zitronengranulat

30 Im Rotorgranulator (Typ GPCG-5, Firma Glatt, Pratteln) werden 2,975 kg Griesszucker und 2,975 kg Puderzucker vorgelegt.

In einem separaten Behälter werden 800 g Wasser bei Raumtemperatur vorgelegt, danach werden 595 g Maltodextrin und 105 g chemisch modifizierte Stärke (Dextrin) zugegeben und darin gelöst. Unter starkem



Rühren (18500 UpM) mit einer Mischturbinen vom Typ Polytron der Firma Kinematika, Littau werden 350 g Zitronenaroma (praktisch ausschliesslich Zitronenöl) langsam zugegeben. Es wird noch 3 Minuten weiter homogenisiert, bis eine stabile Sprühemulsion entsteht. Der Rotorgranulator wird in  
5 Betrieb gesetzt und die Sprühemulsion (70 g/min.) über eine Zweistoffdüse (Emulsion/Druckluft) submers, ca. auf der halben Höhe des Fließbetts zugepumpt. Wenn die Sprühemulsion aufgebraucht ist, wird das Aromengranulat noch während 5-10 Minuten nachgetrocknet. Dadurch entsteht ein  
10 freifliessendes Aromengranulat mit einer Korngrößenverteilung von 87% innerhalb 0,2-1,0 mm und einem Schüttgewicht von 0,65 g/ml.

#### Beispiel 2: Limettegranulat

Als Kernmaterial werden 4,662 kg Isomalt vorgelegt.

Die Sprühemulsion wird wie im Beispiel 1 hergestellt und besteht aus 2 l Wasser, 1,260 kg Gummi arabicum, 26,6 g Tartrazin (gelber Farbstoff),  
15 1,4 g Indigotin (blauer Farbstoff) und 1,050 kg Limettenaroma (praktisch ausschliesslich Limettenöl). Das Kernmaterial wird in Bewegung versetzt (350 U/min.) bzw. fluidisiert und die Sprühemulsion mit 75 g/min. eingesprüht. Es entsteht ein Aromengranulat mit 87% der Partikeln zwischen 0,2 und 0,8 mm und einem Schüttgewicht von 0.71 g/ml.

#### Beispiel 3: Gewürzgranulat

Die Vorlage setzt sich aus 1,680 kg Kochsalz, 1,680 kg Kristallzucker und 2,380 kg HVP-Pulver (hydrolysiertes Pflanzenprotein) zusammen.

Wie im Beispiel 1 wird die Sprühemulsion hergestellt, welche 1 l Wasser, 679,7 g Maltodextrin, 210 g modifizierte Stärke und 370,3 g einer  
25 Gewürz-Aromenkomposition (basierend auf Zitronengrasöl + Pfefferoleoresin) enthält. Durch das Starten des Rotorgranulators (300 U/min.) wird die Vorlage gemischt und in Bewegung versetzt. Die Sprühemulsion wird eingesprüht (30 g/min.) Sobald fertig granuliert und getrocknet ist, werden 350 g eines geschmolzenen Pflanzenfettes mit einer Temperatur von  
30 50-60°C eingesprüht. Die Temperatur im Granulator ist zu diesem Zeitpunkt unter 40°C, womit das Fett auf der Granulatoberfläche erstarrt. Dadurch wird ein umhülltes Granulat mit Würzgeschmack erhalten.

Beispiel 4: Fruchtaroma

In diesem Fall werden 2,450 kg Griesszucker und 3,500 kg eines Multivitaminpräparates (Hoffmann-La Roche, Basel) im Rotorgranulator vorgelegt. Die Sprühemulsion setzt sich aus 1 l Wasser, 595 g Maltodextrin, 105 g modifizierter Stärke und 350 g Fruchtaroma zusammen und wird analog zum Beispiel 1 hergestellt. Der Granulator wird wie im Beispiel 1 betrieben, die Sprühemulsion zu 50 g/min. zudosiert.

Beispiel 5: Parfümiertes Granulat

Im Rotorgranulator werden 5,250 kg Maltodextrin vorgelegt.

Die Sprühemulsion wird wie in den Beispielen 1 bis 4 hergestellt. Sie besteht aus 1,500 kg Wasser, 0,875 kg Maltodextrin, 0,175 g chemisch modifizierter Stärke und 0,700 kg eines beliebigen Riechstoffgemisches für Parfümeriezwecke.

Das Kernmaterial wird in Bewegung versetzt (400 U/min.) bzw. fluidisiert und die Sprühemulsion mit 85 g/min. eingespritzt. Es entsteht ein Parfümeriegranulat, das mit 0,350 kg Polyglykol 6000S, gelöst in 0,350 kg Ethanol, und 0,175 kg Wasser umhüllt wird. Das Wasser und das Ethanol verdampfen und das Polyglykol bildet einen Film um das Riechstoffgranulat.

Die im Rahmen der vorliegenden Erfindung angegebenen Apparateparameter beziehen sich immer auf den für den Laborbetrieb geeigneten Rotorgranulator GPCG-5 mit einem Durchmesser von 50 cm und einer Höhe von 1,9 m (Fliessbett 92 cm); für den Fall anderer Apparatedimensionen sind Abweichungen möglich.

Die in den Beispielen 1 bis 5 erwähnten Aromen- und Riechstoffgranulate werden in den zu aromatisierenden Lebensmitteln, wie z.B. Teepulver, Kräutermischungen, Kaugummi, gefrorenen Fertigmenues, Weich- und Hartbonbons, Biskuit, Eiscrème, Eiscremecoating, Schokoladeriegeln, Constant-Getränkepulvern, Suppen- und Saucenbeuteln, Mundhygieneprodukten, wie Gebissreinigungstabletten und Zahnpasten, etc. eingesetzt oder in den zu parfümierenden Kosmetik-, Hygiene-, Pharma-, Seifen-, Detergenzien- oder Haushaltprodukten verwendet.

### Beispiel 6: Applikationen für die erfindungsgemässen Granulate

#### Teebeutel

Zu gebrochenen Teeblättern wird 2-12% granuliertes Aroma, z.B. Limette, gemischt und in Teebeutel verpackt.

5 Die Vorteile gegenüber konventionellen Pulveraromen sind die folgenden:

- Das Granulat dringt aufgrund der Partikelgrösse nicht durch die Papierporen => kein Verlust bei Transport und Lagerung.
- Kein Abrieb der Granulatpartikel bei Verarbeitung und Transport, da  
10 mechanisch resistent.
- Das Aroma löst sich rasch und vollständig auf, wenn der Teebeutel in heisses Wasser getaucht wird.

#### Instant Getränkpulver

15 Zu einem Instant Getränkpulver auf Zuckerbasis wird 1-2% eines granulierten Aromas, z.B. Tropenfrucht-Mix, gemischt.

Die Vorteile gegenüber konventionellen Pulveraromen sind insbesondere:

- Keine Entmischung bei Abpackung und Transport, da die Granulatpartikelgrösse auf die Partikelgrösse des Getränkpulvers abgestimmt wird.
- 20 - Verbesserte Lagerstabilität der erfindungsgemässen Citrusaromen.
- Schnelle Auflösung des Aromas, wenn das Getränkpulver in kaltem Wasser gerührt wird.

#### Kaugummi

25 Ein orange-gefärbtes granuliertes Aroma, z.B. Pfirsich wird zu 0,5% in eine Kaugummimasse eingearbeitet, die bereits ein flüssiges Aroma, z.B. Zitrone enthält.

Der Kaugummi weist dadurch die folgenden Vorteile auf, die mit konventionellen Pulveraromen nicht erreicht werden können:

- attraktive, gut sichtbare Partikel, die während der Lagerung stabil bleiben.
  - ein doppelter Aroma-Effekt, wobei die beiden Aromen separat wahrgenommen werden.
- 5 - ein sehr rasches Wahrnehmen des granulierten Aromas nach wenigen Sekunden Kauens, gefolgt vom flüssigen Aroma. Bei jedem Biss auf ein Granulat-Korn wird Aroma wieder neu freigesetzt.

#### Hart- und Kaubonbons

- 10 Ein braun gefärbtes granuliertes Aroma, z.B. Zimt, wird zu 0,2-0,4% in eine Hart- oder Kaubonbonmasse eingemischt, die mit einem flüssigen Aroma, z.B. Apfel aromatisiert ist.

#### Vorteile:

- attraktive, sichtbare Partikel, die während der Lagerung stabil bleiben.
  - ein doppelter Aroma-Effekt, wobei die beiden Aromen separat wahrgenommen werden. In diesem Fall entsteht der Eindruck von Apfelstrudel.
- 15

#### Schokolade

Ein Cola-Aroma, das Na-bicarbonat und Zitronensäure enthält, wird zu 1-4% in eine Schokoladenmasse eingearbeitet.

#### Vorteil:

- 20 Beim Essen entwickelt sich sofort ein prickelnder Effekt, indem sich unter dem Einfluss der Speichelfeuchtigkeit Kohlensäure bildet.

#### Icecream mit Schokoladeüberzug

- 25 In die Schokoladenmasse wird 1-3% eines granulierten Fruchtaromas, z.B. Zitrone, das auch Zitronensäure enthält, eingemischt. Die Schokolade wird auf die übliche Art als dünner Ueberzug auf das fertige Icecream aufgetragen.

Beim Konsumieren des Icecreams machen sich folgende Vorteile bemerkbar:

- Oertlich definierter fruchtiger Geschmack, wie von Fruchtpartikeln, in der Schokolade.
- Der Fruchteindruck wird verstärkt durch die Zitronensäure, was mit üblichen Pulveraromen nicht möglich ist.
- 5 - Granulierte Aromen mit einer Partikelgrösse von 0,8-2 mm ergeben zusätzlich einen knusprigen Effekt beim Daraufbeissen.

#### Gefrorenes Reisgericht

Ein Würzaroma, das Salz enthält und zusätzlich mit einer Hartfett-  
schicht überzogen ist (Beispiel 3), wird zum gekochten, abgekühlten Reis  
10 gemischt oder aufgestreut.

Vorteil:

Da das Salz in den Partikeln eingeschlossen ist, löst es sich nicht auf  
und verursacht keine Aenderung des Gefrierverhaltens des Reisgerichtes.

Legende

- 1) Teilchenstruktur
- 2) Nukleus, Kern  
(Trägermaterial, hauptsächlich Kohlehydrate)
- 5 3) enkapsuliertes Aroma  
(Aroma ist im filmbildenden Agens eingeschlossen)
- 4) Umhüllung, Hülle  
(fakultativ, z.B. aus Fett, Protein, Kohlehydraten oder Gemischen davon)

- 11 -

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von sphärischem Granulat, dadurch gekennzeichnet, dass in ein in einem Fliessbett-rotorgranulator fluidisiertes Kernmaterial eine Aroma- bzw. Riechstoffemulsion submers eingesprüht  
5 und auf diese Weise granuliert wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, worin das Kernmaterial ein in der Lebensmittel-, der kosmetischen, pharmazeutischen oder Konsumgüterindustrie zugelassener Feststoff ist und zweckmässigerweise Korngrössen von ca. 0,02 bis ca. 3,0 mm aufweist.

10 3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Kernmaterial ein Kohlenhydrat, z.B. ein Zucker wie Glucose, Lactose, Saccharose, Stärke oder abgebaute Stärke, oder ein Zuckeralkohol wie Isomalt, oder Pectin, hydrolysiertes Pflanzenprotein, Nahrungsfasern, organische oder anorganische Salze darstellt.

15 4. Verfahren nach Anspruch 1, 2 oder 3, worin das Trägermaterial für die Sprühemulsion chemisch modifizierte Stärke, abgebaute Stärke, wie z.B. Maltodextrine, natürliche Harze, Exudate wie z.B. Gummi arabicum, Gelatine oder Pflanzenextrakte wie z.B. Carragenan oder Alginat, in Wasser oder Wasser/Alkohol-Gemischen ist.

20 5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, worin bei der Herstellung der Sprühemulsion eine individuelle Aromen- oder Riechstoffkomponente oder ein Gemisch von verschiedenen Komponenten natürlicher oder synthetischer Herkunft eingesetzt wird.

25 6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, worin der Aromen- oder Riechstoffanteil ca. 1 bis ca. 25%, insbesondere ca. 5 bis ca. 15%, vorzugsweise ca. ≤10%, des fertigen Aromen- oder Riechstoffgranulates ausmacht und der Rest im wesentlichen aus Kernmaterial und Trägermaterial besteht.

7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, worin die an der Erzeugung des Fliessbetts mitbeteiligte Luft auf ca. 20 bis ca. 80°C, insbesondere auf ca. 40  
30 bis ca. 60°C, erwärmt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, worin ein Aromen- oder Riechstoffgranulat mit einer Partikelgrösse im Bereich von ca. 0.05 bis ca. 3,0, vorzugsweise im Bereich von ca. 0,2 bis ca. 1,5 mm hergestellt wird.

9. Verfahren nach Anspruch 1 bis 8, worin ein Produkt hergestellt wird, das zu  $\geq 95\%$  aus Partikeln von ca. 0,2 - ca. 3 mm Durchmesser, bzw. zu ca. 80% aus Partikeln, die eine Bandbreite von nur ca. 0,6 mm aufweisen, besteht.

5        10. Verfahren nach Anspruch 1 bis 9, worin nach der Granulierung eine Umhüllung der Partikel, erfolgt, und zwar durch submerses Aufsprühen einer Lösung, Emulsion oder Schmelze einer Substanz bzw. eines Substanzgemisches, wie z.B. Fett, oder modifizierter Cellulose, Gelatine, Pflanzen- oder Tierextrakten, Exudaten wie Pflanzengummi,  
10        abgebaute Stärke oder chemisch modifizierte Stärke, pharmazeutisch anwendbaren Kunststoffen, etc.

11. Verfahren nach Anspruch 1 bis 10, worin bei der Granulierung Zusatzstoffe wie künstliche Süsstoffe, Lebensmittelfarbstoffe, Vitamine, Antioxidantien, Antischaummittel, Kohlensäuregeneratoren, Genuss-  
15        säuren verwendet werden, die als solche dem Kernmaterial oder der Sprühemulsion zugesetzt werden.

12. Verwendung eines Fliessbett-rotorgranulators bei der Herstellung von sphärischem Aromen- oder Riechstoffgranulat.

13. Verwendung eines gemäss Verfahren einer der Ansprüche 1 bis 11  
20        hergestellten Aromen- oder Riechstoffgranulats zu Aromatisierungs- oder Parfümierungszwecken.

14. Verfahren zur Herstellung von sphärischem Aromengranulat gemäss Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass in ein in einem Fliessbett-rotorgranulator fluidisiertes Kernmaterial eine Aromaemulsion  
25        submers eingesprüht und auf diese Weise granuliert wird.

15. Verfahren nach Anspruch 14, worin das Kernmaterial ein in der Lebensmittelindustrie zugelassener Feststoff ist und zweckmässigerweise Korngrössen von ca. 0,02 bis ca. 3,0 mm aufweist.

16. Verfahren nach Anspruch 14 oder 15, dadurch gekennzeichnet,  
30        dass das Kernmaterial ein Kohlenhydrat, z.B. ein Zucker wie Glucose, Lactose, Saccharose, oder ein Zuckeralkohol wie Isomalt, oder Pectin, hydrolysiertes Pflanzenprotein, Nahrungsfasern, organische oder anorganische Salze darstellt.



17. Verfahren nach Anspruch 14, 15 oder 16, worin das Trägermaterial für die Sprühemulsion chemisch modifizierte Stärke, abgebaute Stärke, wie z.B. Maltodextrinen, natürliche Harze, Exudate wie z.B. Gummi arabicum, Gelatine oder Pflanzenextrakte wie z.B. Carragenan oder Alginaten, in  
5 Wasser oder Wasser/Alkohol-Gemischen ist.

18. Verfahren nach Anspruch 14 bis 17, worin bei der Herstellung der Sprühemulsion eine individuelle Aromenkomponente oder ein Gemisch von verschiedenen Komponenten natürlicher oder synthetischer Herkunft eingesetzt wird.

10 19. Verfahren nach Anspruch 14 bis 18, worin der Aromenanteil ca. 1 bis ca. 25%, insbesondere ca. 5 bis ca. 15% des fertigen Aromengranulates ausmacht und der Rest im wesentlichen aus Kernmaterial und Trägermaterial besteht.

15 20. Verfahren nach Anspruch 14 bis 19, worin die an der Erzeugung des Fließbetts mitbeteiligte Luft auf ca. 20 bis ca. 80°C, insbesondere auf ca. 40 bis ca. 60°C, erwärmt wird.

21. Verfahren nach Anspruch 14 bis 20, worin ein Aromengranulat mit einer Partikelgrösse im Bereich von ca. 0.05 bis ca. 3,0, vorzugsweise im Bereich von ca. 0,2 bis ca. 1,5 mm hergestellt wird.

20 22. Verfahren nach Anspruch 14 bis 21, worin ein Produkt hergestellt wird, das zu  $\geq 95\%$  aus Partikeln von ca. 0,2 - ca. 3 mm Durchmesser, bzw. zu ca. 80% aus Partikeln, die eine Bandbreite von nur ca. 0,6 mm aufweisen, besteht.

25 23. Verfahren nach Anspruch 14 bis 22, worin nach der Granulierung eine Umhüllung der Partikel, erfolgt, und zwar durch Aufsprühen einer Lösung, Emulsion oder Schmelze einer Substanz bzw. eines Substanzgemisches, wie z.B. Fett, oder modifizierter Cellulose, Gelatine, Pflanzen- oder Tierextrakten, Exudaten wie Pflanzengummi, abgebaute Stärke oder chemisch modifizierte Stärke, pharmazeutisch anwendbaren Kunststoffen,  
30 etc.

24. Verfahren nach Anspruch 14 bis 23, worin bei der Granulierung Zusatzstoffe wie künstliche Süsstoffe, Lebensmittelfarbstoffe, Vitamine, Antioxidantien, Antischaummittel, Kohlensäuregeneratoren, Genuss-

- 14 -

säuren verwendet werden, die als solche dem Kernmaterial oder der Sprühemulsion zugesetzt werden.

25. Verwendung eines Fließbett-rotorgranulators bei der Herstellung von sphärischem Aromengranulat.

- 5        26. Verwendung eines gemäss Verfahren einer der Ansprüche 14 bis 24 hergestellten Aromengranulats zu Aromatisierungszwecken.

\*\*\*

1/1

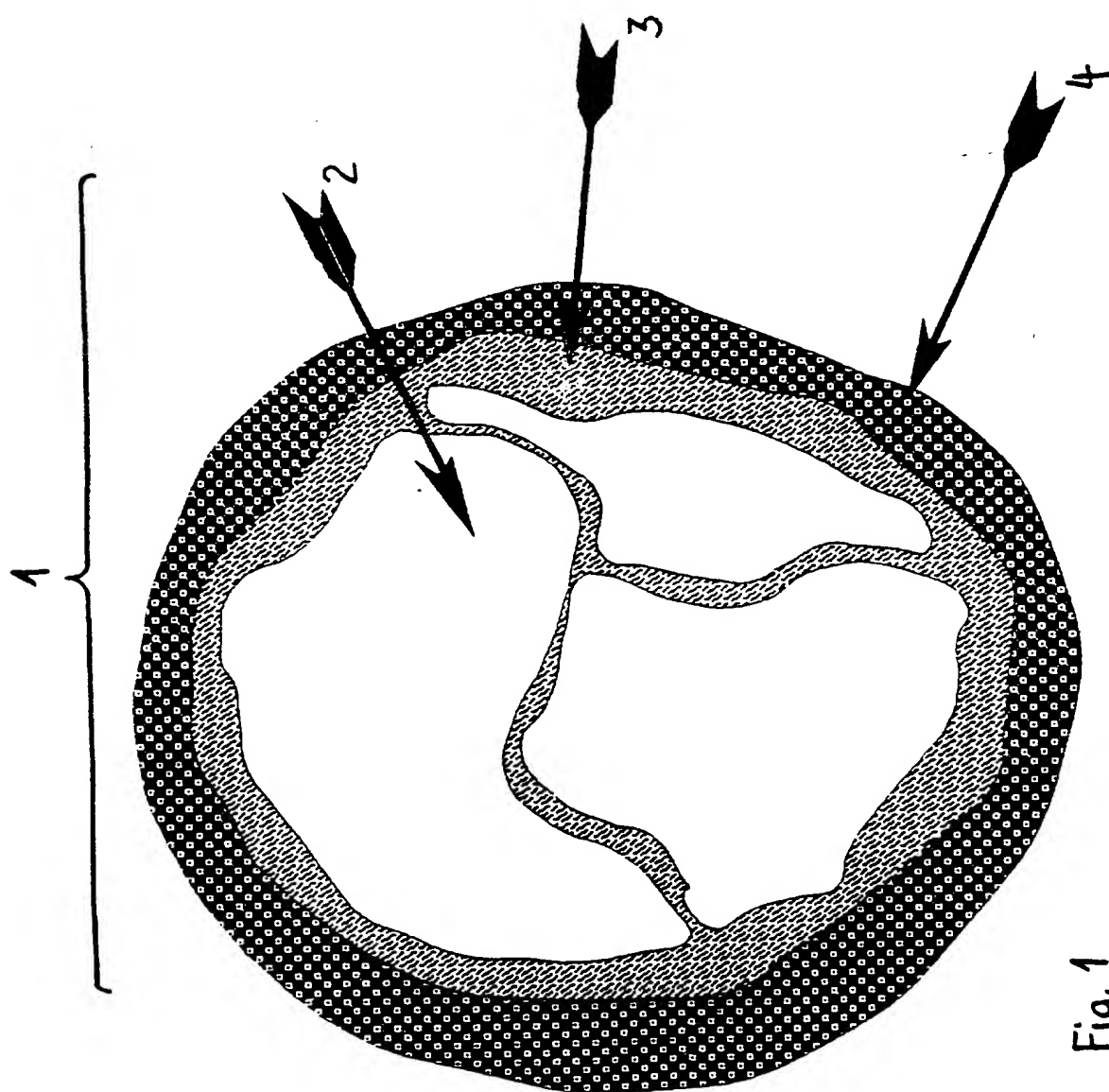


Fig. 1

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/CH 96/00373

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 6 A23L1/22 A23P1/02 A61K7/46

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 6 A23L A23P A61K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	EP 0 070 719 A (UNILEVER) 26 January 1983 cited in the application see claims; examples ---	1,3,5, 14,16,26
A	EP 0 011 324 A (PROCTER & GAMBLE) 28 May 1980 see claims ---	1-26
A	WO 91 09989 A (DANSK TYGGEGUMMI FABRIK) 11 July 1991 see claims ---	1
A	WO 95 15821 A (WM.WRIGLEY JR.) 15 June 1995 see claims ---	1,14
A,P	WO 96 23423 A (NESTLE) 8 August 1996 see claims -----	1,14

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

26 March 1997

Date of mailing of the international search report

07. 04. 97

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Van Moer, A

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/CH 96/00373

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 70719 A	26-01-83	AU 558654 B	05-02-87
		AU 8612182 A	27-01-83
		BR 8204214 A	12-07-83
		CA 1190477 A	16-07-85
		JP 1584973 C	31-10-90
		JP 2001528 B	11-01-90
		JP 58024336 A	14-02-83
		US 4576737 A	18-03-86
-----			
EP 11324 A	28-05-80	CA 1145191 A	26-04-83
		JP 55104874 A	11-08-80
-----			
WO 9109989 A	11-07-91	AU 7051391 A	24-07-91
		CA 2070288 A	22-06-91
		DE 69007124 D	07-04-94
		EP 0506793 A	07-10-92
		JP 5504057 T	01-07-93
-----			
WO 9515821 A	15-06-95	US 5447565 A	05-09-95
		AU 1303795 A	27-06-95
-----			
WO 9623423 A	08-08-96	US 5496574 A	05-03-96
		US 5580593 A	03-12-96
		AU 4715396 A	21-08-96
-----			

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/CH 96/00373

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 6 A23L1/22 A23P1/02 A61K7/46

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchiertes Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 6 A23L A23P A61K

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	EP 0 070 719 A (UNILEVER) 26. Januar 1983 in der Anmeldung erwähnt siehe Ansprüche; Beispiele ---	1,3,5, 14,16,26
A	EP 0 011 324 A (PROCTER & GAMBLE) 28. Mai 1980 siehe Ansprüche ---	1-26
A	WO 91 09989 A (DANSK TYGGEGUMMI FABRIK) 11. Juli 1991 siehe Ansprüche ---	1
A	WO 95 15821 A (WM. WRIGLEY JR.) 15. Juni 1995 siehe Ansprüche ---	1,14
A,P	WO 96 23423 A (NESTLE) 8. August 1996 siehe Ansprüche -----	1,14

☐

Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒

Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\* A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\* E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\* L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\* O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\* P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\* T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\* X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\* Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung, die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann nabelegend ist

\* &\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

26. März 1997

Absenddatum des internationalen Recherchenberichts

07. 04. 97

Name und Postanschrift der Internationale Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+ 31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Van Moer, A

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Aktenzeichen

PCT/CH 96/00373

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 70719 A	26-01-83	AU 558654 B	05-02-87
		AU 8612182 A	27-01-83
		BR 8204214 A	12-07-83
		CA 1190477 A	16-07-85
		JP 1584973 C	31-10-90
		JP 2001528 B	11-01-90
		JP 58024336 A	14-02-83
		US 4576737 A	18-03-86
-----			
EP 11324 A	28-05-80	CA 1145191 A	26-04-83
		JP 55104874 A	11-08-80
-----			
WO 9109989 A	11-07-91	AU 7051391 A	24-07-91
		CA 2070288 A	22-06-91
		DE 69007124 D	07-04-94
		EP 0506793 A	07-10-92
		JP 5504057 T	01-07-93
-----			
WO 9515821 A	15-06-95	US 5447565 A	05-09-95
		AU 1303795 A	27-06-95
-----			
WO 9623423 A	08-08-96	US 5496574 A	05-03-96
		US 5580593 A	03-12-96
		AU 4715396 A	21-08-96
-----			

THIS PAGE BLANK (USPTO)